

**THIN-FILM FORMING DEVICE**

Patent Number: JP6291049  
Publication date: 1994-10-18  
Inventor(s): KAGOHARA TSUGIO; others: 01  
Applicant(s): KYOCERA CORP  
Requested Patent: ☐ JP6291049  
Application Number: JP19930073282 19930331  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L21/205; C30B25/12; H01L21/68  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To increase time for uniformly conducting heat from a heating element by constituting a means for heating a substrate with aluminum nitride ceramic in a device for forming a thin film on the surface of the substrate such as a semiconductor wafer under heated state.

**CONSTITUTION:**Heat is conducted from a heater 5 by a heating means 6 to heat a substrate W when forming a thin film by the double-electrode discharge type plasma CVD method, thus heating to 400-600 deg.C. Then, the device forms the heating means 6 with aluminum nitride ceramic. By forming the heating means 6 with aluminum nitride, high thermal conductivity, improved mechanical strength, and electrical insulation property and heat resistance property can be achieved, thus forming a thin film with a uniform thickness and high density. In this manner, by constituting the heating means 6 on the surface of the substrate with aluminum nitride ceramic, thermal conductivity can be improved.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**BEST AVAILABLE COPY**

【添付書類】

5



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-291049

(43)公開日 平成6年(1994)10月18日

(51)Int.Cl.	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H01L 21/205				
C30B 25/12		9040-4G		
H01L 21/68		N 8418-4M		

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全5頁)

(21)出願番号 特願平5-73282

(22)出願日 平成5年(1993)3月31日

(71)出願人 00006833

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

(72)発明者 梶原 次雄

鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(72)発明者 井之上 博範

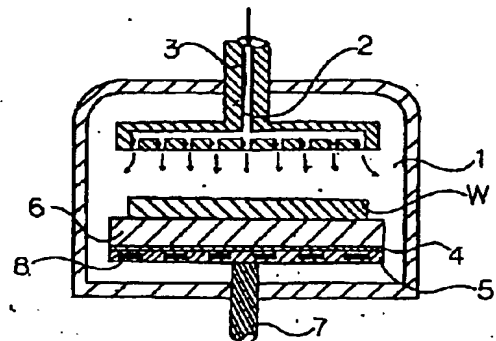
鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(54)【発明の名称】 薄膜形成装置

(57)【要約】

【構成】半導体ウェハなどの基板表面上に、加熱状態下にて薄膜を形成させる装置であって、上記基板の加熱手段を窒化アルミニウム質セラミックスにより構成する。

【効果】熱伝導性が高く、機械的強度に優れ、かつ電気絶縁性や耐熱性を併つ加熱手段を有する薄膜形成装置を提供することが可能となる。また、高純度窒化アルミニウム質セラミックスよりなる加熱手段とすることにより、基板を汚染しない薄膜形成装置を提供することが可能となる。



BEST AVAILABLE COPY

特開平06-291049

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体ウェハなどの基板表面上に、加熱状態で薄膜を形成させる装置であって、上記基板の加熱手段が窒化アルミニウム質セラミックスからなることを特徴とする薄膜形成装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、半導体ウェハなどの基板を加熱状態で薄膜を形成させるための装置に関し、特に上記基板の加熱手段に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来から、シリコンウェハに代表されるような半導体部品などの基板に薄膜を形成させるような場合には、基板を加熱状態とする必要がある。例えば、CVD (Chemical Vapor Deposition) 法は、気体の原料あるいは液体や固体の原料を高温空間において気化させ、気相中または基板表面上で化学反応させて薄膜を形成する方法であり、薄膜形成時には基板も同様に高温状態であることが必要である。ここで、基板を高温状態にする方法としては、図4に示すように、基板Wを支持部材(サセプタ)9上に載置して、支持部材9の下部に発熱体8を備えたアルミナや炭化珪素に代表されるセラミックスなどよりなるヒータ5を介して支持部材9より基板Wへ熱を伝導させて加熱させる構成、さらに必要に応じて支持部材9とヒータ5の間に電極を挟む構成が一般的である。そして、従来の支持部材9は、耐熱性を有する石英を使用していたが、強度が小さくて割れやすく、しかも機械的加工が困難であるために、物を支持するような機械構造物として使用するには不向きであった。これより、通常は機械的強度に優れ、かつ耐熱性や電気絶縁性を有するアルミナ、炭化珪素、または窒化珪素などのセラミックスを使用していた。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 このような薄膜形成装置において、基板W上に均一な厚みで、かつムラのない高密度な薄膜を形成するためには、基板W全面の温度が均一であることが必要であり、そのためには支持部材9全面が同一温度となり、しかも発熱体8の熱を早く均一に伝導させることが必要となる。これより、支持部材9は高熱伝導性が要求されるにもかかわらず、上記セラミックスでは熱伝導性が低いことから、精密な薄膜を形成することが出来ないという問題点があった。

【0004】 そこで、石英からなる支持部材9上に、高い熱伝導性を有する窒化アルミニウムの被覆層を形成したものが提案されている(特開昭61-246382号公報参照)。しかし、石英からなる支持部材9と窒化アルミニウムの被覆層は、熱膨張係数の差が大きく、高温時に割れがやすく長期間使用できないという問題点があった。また、支持部材9自体は、依然として熱伝導性が

低い状態のままであり、発熱体8からの熱が均一に伝導する時間が遅いという問題点があった。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであり、半導体ウェハなどの基板表面上に、加熱状態で薄膜を形成させる装置であって、上記基板の加熱手段を窒化アルミニウム質セラミックスで構成したものである。

【0006】 なお、窒化アルミニウム質セラミックスは、本来焼結材であり、単味の焼結体を得ることがやや困難であるために、一般的には窒化アルミニウム粉末に焼結助剤を加え、1600~1900℃の非酸化性雰囲気中で焼成している。その場合には、以下の条件を満たすものが、支持部材としてより良いものとなる。

【0007】 (1) 焼結体中に、周期律表第3族元素化合物が0.01~10重量%存在する、(2) 焼結体中に、アルカリ土類元素化合物が0.001~10重量%存在する、(3) 焼結体の平均結晶粒径が1~50 $\mu$ mである、(4) 焼結体中の陽イオン不純物が0.5重量%以下である、(5) 粒界相がガーネット型結晶および/またはペロブスカイト型結晶である。

【0008】 以下は、上記条件が好ましいとする焼結を示す。

【0009】 (1) 周期律表第3族元素は、焼結体の密度を高めるために必須の成分である。また、焼結助剤を使用して製造したAlN焼結体の相組織は、AlN粒子とこの粒子相を結合している粒界相とからなり、この第3族元素化合物は、酸素を酸化物系の結晶相として粒界にトラップして、AlN粒子内への酸素の固溶を抑制する。これより、AlN結晶中および結晶の表面に存在する酸素を極力抑えることができ、熱伝導性を高くすることができる。ただし、第3族元素化合物が0.01重量%未満であると、焼結体の密度を高めることが難しいとともに熱伝導性も低下し、逆に10重量%よりも大きいと、焼結体中の粒界相が多くなるために、熱伝導性が大きく低下してしまう。これより、0.01~10重量%であることが好ましい。

【0010】 なお、第3族元素化合物の中でも、イットリア( $Y_2O_3$ )やエルビウム( $Er_2O_3$ )を使用すると、分散不良による焼結体表面のシミが発生することがなく、より安定的なものとなる。

【0011】 (2) アルカリ土類元素の添加により、(1)と同様に酸素を粒界にトラップして、AlN粒子内への酸素の固溶を抑制するとともに、低温焼成をすることができる。このアルカリ土類元素化合物が、0.001重量%未満であると、焼結体の密度を高めることが難しく熱伝導性も低下し、逆に10重量%よりも大きいと、焼結体中の粒界相が多くなるために、熱伝導性が大きく低下してしまう。これより、0.001~10重量%であることが好ましい。

(2)

BEST AVAILABLE COPY

【0012】なお、アルカリ土類元素化合物の中でも、カルシア(CaO)を使用すると、低温焼成効果が顕著となる。

【0013】(3) 焼結体の平均結晶粒径は、大きいほど熱伝導性が高くなるが、大きすぎると焼結体の強度が小さくなり、かつ緻密化が困難となる。また、小さいと高温時の変形が大きくなる。これより、1~50 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、より好適には2~20 $\mu\text{m}$ がよい。

【0014】(4) 鉄やシリコンなどの陽イオン不純物は、原料粉末や焼結助剤中または焼結体製作工程中に入ることにより存在するが、焼結体中に陽イオン不純物が0.5重量%よりも多いと、高い熱伝導性を実現させることが難しくなることより、0.5重量%以下であることが好ましく、より好適には0.1重量%以下がよい。

【0015】(5) 粒界中にモノクリニック型結晶が存在すると、融剤の吸収が悪くなり焼結助剤成分の残存により、焼結体の表面の不純物にシミや色ムラができるために、焼結体中の全融剤量を制御するガーネット型結晶および/またはペロブスカイト型結晶の粒界相であることが好ましい。

【0016】また、焼結助剤を添加せずに、窒化アルミニウム粉末にバインダーのみを加えて、1900~2200℃の非酸化性雰囲気中で焼成した高純度窒化アルミニウム質セラミックスを製作することも可能である。このように窒化アルミニウム粉末とバインダーのみで製作することにより、陽イオン不純物が0.1重量%以下の窒化アルミニウム質セラミックスを得ることができ、基板を汚染することがない。なお、このような高純度窒化アルミニウム質セラミックスを支持部材として用いるためには、焼結体の平均結晶粒径を5~50 $\mu\text{m}$ とすることが好ましく、さらには20~30 $\mu\text{m}$ とすることがより好ましい。

【0017】

【実施例】以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

【0018】薄膜形成装置の1例である二極放電形プラズマCVD法による装置は、図1に示すように、真空室1内に、ガス送出口2を有し、高圧電源(不図示)に接続されている放電電極3と、放電電極3に平行に存在するようにして電極4を配置し、その下部にヒータ5、上部に加熱手段6を配置し、ヒータ5をアースされている支持体7に接続することにより構成されている。

【0019】上記二極放電形プラズマCVD法は、加熱手段6の上部に基板Wを載置して、真空室1内の放電電極3と電極4間に高周波電界を印加させてエネルギーの高いプラズマを発生させ、製作しようとする薄膜の元素を含んだ反応ガスをガス送出口2から真空室1内に送り込み、反応ガスの化学結合を低温で分解して活性度の高い化学状態の粒子を作り出し、活性化された粒子間の反応により薄膜を形成する方法である。この二極放電形プ

ラズマCVD法による薄膜形成時には、基板Wを加熱状態とする必要があるために、ヒータ5より加熱手段6に熱を伝導させ、400~800℃に加熱する。

【0020】そして、薄膜形成装置は、加熱手段6を窒化アルミニウム質セラミックス(以下、窒化アルミニウムと略称する)により形成したものである。

【0021】このように、加熱手段6を窒化アルミニウムにより形成することによって、熱伝導性が高く、機械的強度に優れ、かつ電気絶縁性や耐熱性を有するようになり、その結果、薄膜を均一な厚みで、かつムラのない高密度に形成できる。なお、上記実施例では、加熱手段6、電極4、ヒータ5とを分けて構成しているが、例えば、図2の断面図に示すように、加熱手段6に電極4を内蔵させ、ヒータ5と組み合わせることもでき、あるいは、図3の断面図に示すように、加熱手段6に電極4と発熱体8を内蔵させることもできる。さらには、加熱手段6にヒータを内蔵させ、電極4と組み合わせることもできる。ここで、この電極4あるいはヒータ5などの導電層を内蔵させた加熱手段6を製作するには、窒化アルミニウムよりなる厚さ0.5mm程度のシート成形体を複数製作し、シート成形体の数枚に窒化チタンやタングステンなどの粉末を粘度調整した導電ペーストとしてスクリーン印刷することによりなり、電極の場合は、スルーホール加工あるいは研削により複数の成形体をつなぐことによりなる。そして、20枚程度の成形体を約50 $\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で加圧圧着し、常圧、窒素雰囲気下でのガス加圧、またはホットプレスなどにより同時焼結すればよい。また、各導電層へのリード線の取り付けは、メタライズ層を介してロウ付けにて取り付ければよい。

【0022】さらに、上記実施例では、二極放電形プラズマCVD法によるものを示したが、他の薄膜形成方法においても、基板Wを高圧とする場合は、加熱手段6や電極4、ヒータ5または発熱体8の配置は全て同様である。また、電極4、あるいはヒータ5を使用しない場合でも、基板Wの周辺を高圧とすることが必要な場合には、上記窒化アルミニウム製の加熱手段8を使用することが可能である。これより、本発明の窒化アルミニウムよりなる加熱手段8は、加熱状態で使用し、かつ高い熱伝導性が要求される場合であれば様々な装置に使用でき、例えば、薄膜形成後の次工程であるエッチング加工の際にも使用することができる。

【0023】実施例1

ここで、本発明の窒化アルミニウムからなる加熱手段8の熱伝導性と機械的強度、そして基板Wへの汚染度合いを調べるために実験を行った。表1に示すように、比較例として従来の石英( $\text{SiO}_2$ )と窒化珪素、炭化珪素、アルミナなどのセラミックスからなる支持部材9、そして本発明の焼結助剤の種類と量をさまざまに変化させた窒化アルミニウム、および高純度窒化アルミニウム

(3)

BEST AVAILABLE COPY

特開平06-291049

4

質セラミックス（以下、高純度窒化アルミニウムと略称する）からなる加熱手段8を使用して、シリコンウェハを基板Wとして載置した状態で実験を行った。実験は、各支持部材9と加熱手段8の熱伝導率と曲げ強度を測定し、また600℃で1時間使用後の支持部材9や加熱手段8の不純物が基板Wに付着することによる汚染度合いを調べて、汚染がほとんど無ければ○、多少あれば□、顕著ではあるが使用可能であれば△、使用不可能であれば×とした。また、上記熱伝導率、曲げ強度、そして汚染度合いの3条件により総合評価を行い、支持部材9または加熱手段8として非常に適するものであればA、適するものはB、適さないものをCとした。

[0024] 実験には、直径が15cm、厚みが6mm

の円盤状の支持部材9と加熱手段8を使用し、比較例のセラミックスは、窒化珪素が $\text{Si}_3\text{N}_4$ 含有量が92重量%で平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 、炭化珪素が $\text{SiC}$ 含有量が96重量%で平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 、アルミナが $\text{Al}_2\text{O}_3$ 含有量が99重量%で平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ とした。一方、本発明の窒化アルミニウムは平均結晶粒径が $5\sim 8\mu\text{m}$ 、高純度窒化アルミニウムは平均粒径 $1.5\mu\text{m}$ の $\text{AlN}$ 粉体をトルエンを溶媒としてアクリル系バインダー8重量%と混合し、焼成後の $\text{AlN}$ 含有量が99.9重量%、平均結晶粒径が $20\mu\text{m}$ となるものとした。それぞれの結果は、表1の通りである。

[0026]

[表1]

		組成 (重量%)	熱伝導率 ( $\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ )	曲げ強度 ( $\text{kg}/\text{mm}^2$ )	汚染 度合い	総合 評価
比較例	石英		1.4	8	○	C
	窒化珪素		20	70	△	C
	炭化珪素		63	45	△	B
	アルミナ		35	30	□	C
本発明実施例	窒化アルミニウム	$\text{Br}_2\text{O}_3$ 10 $\text{CaO}$ 0.01	150	33	□	A
		$\text{Br}_2\text{O}_3$ 10 $\text{CaO}$ 0.1	146	31	△	B
		$\text{Br}_2\text{O}_3$ 5 $\text{CaO}$ 0.02	152	35	□	A
		$\text{Br}_2\text{O}_3$ 1 $\text{CaO}$ 0.02	137	36	□	A
		$\text{Br}_2\text{O}_3$ 3 $\text{CaO}$ 0.5	156	35	□	A
		$\text{Y}_2\text{O}_3$ 10 $\text{CaO}$ 0.1	105	33	△	B
		$\text{Y}_2\text{O}_3$ 10 $\text{CaO}$ 2.5	96	30	△	B
		$\text{Y}_2\text{O}_3$ 5 $\text{CaO}$ 1.0	128	34	□	A
		$\text{Y}_2\text{O}_3$ 1 $\text{CaO}$ 0.1	151	35	□	A
	高純度窒化 アルミニウム		90	25	○	A

[0026] 表1より、石英は、熱伝導率が $1.4\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$ 、曲げ強度が $6\text{kg}/\text{mm}^2$ であることより、従来のように窒化アルミニウムの被覆層を形成しても発熱体8からの熱伝導が非常に悪いことがわかった。また、

石英の熱膨張係数が $0.5\times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 、窒化アルミニウムの熱膨張係数が $4\times 10^{-6}\sim 5\times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ であることより、熱膨張係数の差が大きく、高温時に割れやすぐ長期間使用できないことがわかった。

(4)

BEST AVAILABLE COPY

特開平06-291049

【0027】また、各セラミックの熱伝導率は、窒化珪素が $20\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 、炭化珪素が $63\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 、アルミナが $25\text{ W/m}\cdot\text{K}$ であるのに対して、全ての窒化アルミニウムは $90\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上となり、非常に高いことがわかる。また、全ての窒化アルミニウムの曲げ強度が $25\text{ kg/mm}^2$ 以上となり、アルミナの曲げ強度の $30\text{ kg/mm}^2$ とほぼ同じであり、加熱手段6としての使用には十分であることがわかる。そして、基板Wの汚染度合いは、全てが使用にはさほど影響がないものとなり、特に高純度窒化アルミニウムを用いたものは優れていることがわかる。

【0028】結局、窒化アルミニウムからなる加熱手段6は、熱伝導性が非常に良く、しかも機械的強度が十分であり、かつ基板Wの汚染問題もないことがわかる。

#### 【0029】実施例2

また、実際に本発明の窒化アルミニウムからなる加熱手段6を用いて、二極放電形プラズマCVD法により薄膜形成を行った。

【0030】シリコンウェハ上に薄膜の形成を複数回行った結果、均一の厚みで、かつムラの無い高密度な薄膜を形成することができた。また、窒化アルミニウムは、プラズマに対して耐浸食性に優れていることがわかった。さらに、シリコン製のウェハを使用する場合、シリコンの熱膨張係数が $3.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であるのに対し、窒化アルミニウムの熱膨張係数が $4 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ となり、加熱手段6と基板Wの熱膨張が非常に近く、高温時でも基板Wがズレることがほとんど無いことがわかった。

#### 【0031】実施例3

さらに、実際に上記実施例1による高純度窒化アルミニウムからなる加熱手段6を用いて、二極放電形プラズマCVD法により薄膜形成を行った。

【0032】シリコンウェハ上に薄膜の形成を複数回行

った結果、均一の厚みで、かつムラの無い高密度な薄膜を形成することができた。さらに、基板Wの加熱手段6との接触面を汚染しないものとすることができた。なお、窒化アルミニウムよりなる加熱手段6の表面に、PVD法やCVD法により高純度窒化アルミニウムを形成させた場合でも、基板Wへの汚染を無くすることができることがわかった。

#### 【0033】

【発明の効果】以上のように、本発明に係る薄膜形成装置によれば、基板表面上の加熱手段を窒化アルミニウム質セラミックスで構成したことによって、熱伝導性が高く、機械的強度に優れ、かつ電気絶縁性や耐熱性を有する加熱手段を有する薄膜形成装置を提供することが可能となる。

【0034】また、高純度窒化アルミニウム質セラミックスよりなる加熱手段とすることにより、基板を汚染しない薄膜形成装置を提供することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の薄膜形成装置を示す断面図である。

【図2】本発明の他の実施例を示す断面図である。

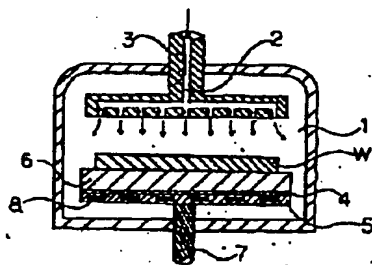
【図3】本発明の他の実施例を示す断面図である。

【図4】従来の薄膜形成装置を示す断面図である。

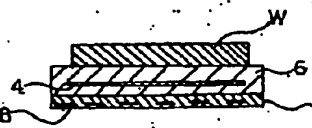
#### 【符号の説明】

- 1 : 真空室
- 2 : ガス送出口
- 3 : 放電電極
- 4 : 電極
- 5 : ヒータ
- 6 : 加熱手段
- 7 : 支持体
- 8 : 発熱体
- 9 : 支持部材
- W : 基板

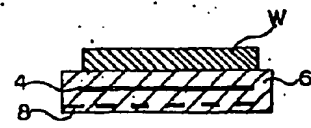
【図1】



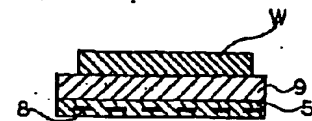
【図2】



【図3】



【図4】



(5)

BEST AVAILABLE COPY